11.9

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

11-021182

(43) Date of publication of application: 26.01.1999

(51)Int.Cl.

CO4B 38/06 CO4B 38/00

CO4B 38/08

(21)Application number: 09-195005

(71)Applicant : MURATA MFG CO LTD

(22)Date of filing:

03.07.1997

(72)Inventor: UENO TAKEYUKI

OTSUKA DAISUKE

(54) PRODUCTION OF POROUS CERAMIC

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To prevent the generation of crack and fracture in the sintered body and to obtain the desired porosity in the sintered body by adding and dispersing hollow resin beads in the slurry containing a gelling agent and ceramic powder, curing the gelling agent and heat—treating the formed body to form pores at its inside.

SOLUTION: The method can be applied to a ceramic material such as silicon carbide, mullite and alumina. Various materials such as polystyrene, and polyethylene are used as the resin material of the hollow resin beads. Epoxy resin, polyvinyl alcohol, phenolic resin, urea resin, melamine resin, and urethane resin are used as the gelling agent. The hollow resin beads having 1–10 mm average grain size and 50–99 vol.% volume ratio of hollow part is preferable. The hollow resin beads are blended so that it may be 2–70 vol.% of the formed body. The ceramic sintered body having a desired porosity can be produced by regulating a rate of addition of the hollow resin beads.

* NOTICES *

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.**** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1] Ceramic stock slurry which made a gelling agent and a slurry containing the end of ceramic powder add and distribute a hollow resin bead at a predetermined rate, A manufacturing method of porosity ceramics heat—treating, disassembling and removing a hollow resin bead, and forming a stoma in an inside of a ceramic sintered body after fabricating in predetermined form by stiffening a gelling agent.

[Claim 2]A manufacturing method of the porosity ceramics according to claim 1 adding said hollow resin bead at a rate which becomes 2 - 70 volume % of a Plastic solid.

[Claim 3]A manufacturing method of the porosity ceramics according to claim 1 or 2 using a hollow resin bead whose mean particle diameter is 0.1 mm - 10 mm.

[Claim 4]A manufacturing method of the porosity ceramics according to claim 1, 2, or 3 characterized by a thing of volume of a centrum to volume of a hollow resin bead for which a thing of 50 - 99 volume % is used comparatively (centrum volume rate) as said hollow resin bead.

[Translation done.]

* NOTICES *

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.**** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention relates to the manufacturing method of porosity ceramics in detail about the manufacturing method of ceramics.

[Description of the Prior Art]For example, in order to realize the various characteristics as ceramics which constitute a ceramic condenser and a ceramics filter, the porosity ceramics which raised the rate of a stoma (hole) may be used.

[0003] By the way, as a method of manufacturing such porosity ceramics, It fabricates in the state where the slurry containing the end of ** ceramic powder and a gelling agent was made to contain air bubbles conventionally. The method of obtaining porosity ceramics by calcinating, and the slurry containing the end of ** ceramic powder and a gelling agent are made to distribute resin beads, How to disassemble and remove resin beads, to form a stoma (hole) in an inside, and to obtain porosity ceramics by heat—treating after shaping, ** Sawdust and a piece of wood are added to the slurry containing the end of ceramic powder, and a gelling agent, and various methods, such as a method of disassembling and removing sawdust and a piece of wood, forming a stoma (hole) in an inside, and obtaining porosity ceramics, are proposed and enforced by heat—treating after shaping.

[0004] However, in the method of the above-mentioned **, there is a problem that it is difficult to control a cell diameter and the amount of air bubbles, and the porosity ceramics which have the same porosity repeatedly cannot be manufactured.

[0005]In the method of the above-mentioned ** and **, when calcinating a Plastic solid, there is a problem that there is much quantity of the combustion gas in which it not only takes time to disassemble and remove resin beads, sawdust, a piece of wood, etc., but cracked gas and cracked gas burn and are emitted, and a crack occurs in a sintered compact depending on the case.

[0006] This invention solves the above-mentioned problem.

It aims at providing the manufacturing method of the porosity ceramics [it is possible to repeat and manufacture the porosity ceramics which have desired porosity, and] which can prevent a crack, a crack, etc. from controlling generating of cracked gas and combustion gas moreover, and occurring in a sintered compact.

[0007]

[Means for solving problem] To achieve the above objects, the manufacturing method of the porosity ceramics of this invention (Claim 1), The ceramic stock slurry which made the gelling agent and the slurry containing the end of ceramic powder add and distribute a hollow resin bead at a predetermined rate, After fabricating in predetermined form by stiffening a gelling agent, it heat—treats, a hollow resin bead is disassembled and removed, and it is characterized by forming a stoma in the inside of a ceramic sintered body.

[0008] The ceramic stock slurry which made the gelling agent and the slurry containing the end of ceramic powder distribute a hollow resin bead, By calcinating, disassembling and removing a

hollow resin bead and forming a stoma in the inside of a ceramic sintered body, after fabricating by stiffening a gelling agent, Compared with the conventional method using the resin beads which are not hollow, the rate of resin over the quantity (porosity) of the stoma in a sintered compact can be made small, and generating of cracked gas and combustion gas can be controlled. Therefore, it becomes possible to manufacture efficiently the porosity ceramics which have desired porosity, preventing generating of the crack by generating of the cracked gas of resin and combustion gas by adjusting the addition rate of a hollow resin bead.

[0009] This invention can be applied when manufacturing the ceramics using various charges of a ceramic material, such as silicon carbide, mullite, and alumina, and there are no restrictions special to the kind of charge of a ceramic material. In this invention, it is possible to use various resin materials, such as polystyrene, polyethylene, polymethylmethacrylate, and VCM/PVC, as a resin material which constitutes a hollow resin bead. In this invention, it is possible to use various materials, such as an epoxy resin, polyvinyl alcohol, phenol system resin, urea system resin, melamine system resin, epoxy system resin, and urethane system resin, as a gelling agent. [0010] The manufacturing method of the porosity ceramics of this invention (Claim 2) is characterized by adding said hollow resin bead at a rate which becomes 2 – 70 volume % of a Plastic solid.

[0011]When a hollow resin bead is added at a rate which becomes 2 – 70 volume % of the Plastic solid before calcination, it becomes possible to cover the ranges with main porceity required of the usual porosity ceramics, and it becomes possible to manufacture certainly the porosity ceramics which have the desired characteristic. Since the intensity of a porosity ceramic compact itself will fall and a crack will occur in a baking process if the porosity ceramics which have sufficient stoma when the addition rate of a hollow resin bead is less than 2 volume % of the volume of a Plastic solid are no longer obtained and it exceeds 70 volume %, it is not desirable.

[0012] The manufacturing method of the porosity ceramics of this invention (Claim 3) is characterized by using the hollow resin bead whose mean particle diameter is 0.1 mm - 10 mm. [0013] The porosity ceramics which have the pore diameter and porosity which are required of the usual porosity ceramics can be manufactured efficiently, without generating a crack, a chip, etc., when that whose mean particle diameter is 0.1 mm - 10 mm is used as a hollow resin bead. [0014] A manufacturing method of porosity ceramics of this invention (Claim 4) is characterized by a thing of volume of a centrum to volume of a hollow resin bead for which a thing of 50 - 99 volume % is used comparatively (centrum volume rate) as said hollow resin bead.

[0015]As a hollow resin bead, by [of volume of a centrum to volume of a hollow resin bead] using a thing of 50 – 99 volume % comparatively (centrum volume rate), It becomes possible to control efficiently cracked gas of resin, and an yield of combustion gas to porosity obtained, and this invention can be effected more.

[0016]

[Mode for carrying out the invention]Hereafter, an embodiment of the invention is shown and a place by which it is characterized [the] is explained in more detail.

[0017]Added water 30 weight section, thermoset-epoxy-resin (gelling agent) 10 weight section, and a dispersing agent of application, a ball mill was made to mix and distribute to sinterable alumina 100 weight section, and a slurry was obtained.

[0018]And to this slurry, as shown in Table 1, polystyrene beads (hollow resin bead) of hollow whose mean particle diameter is 0.4–1.0 mm, By [after addition] making it add and distribute so that it may become 5 – 70 volume % comparatively (namely, volume rate over an uncalcinated Plastic solid), four kinds of ceramic stock slurry (ceramic stock slurry concerning an embodiment of this invention) (sample numbers 1–4) as shown in Table 1 were obtained. [0019]

[Table 1]

| 試料番号 | 1 | 2 | 3 | 4 | *5 | *6 | *7 | *8 |
|----------------|---------|-----|-----|------|------------|-------------------|------------|------|
| 樹脂ビーズの種類 | 中空樹脂ビーズ | | | | 中空でない制脂ビーズ | | | |
| 樹脂ビーズの粒径 (mm) | 0.4 | 1.0 | 1.0 | 1. 0 | 0. 2 | 0.4 | 1. 0 | 1.0 |
| 樹脂ビーズの添加量(体積%) | 20 | 5 | 20 | 70 | 10 | 20 | 5 | 20 |
| 焼結体の品質 | 良好 | 良好 | 良好 | 良好 | 良好 | クラック 発生 | クラック 発生 | 割れ発生 |
| 焼結体の気孔率 (%) | 29 | 9 | 29 | 58 | 16 | 29 | 9 | 29 |

試料番号に*印を付したものは比較例である。

[0020]In this embodiment, the rate (centrum volume rate) of the volume of the centrum to the volume of a hollow resin bead used the thing of 50 – 99 volume % as a hollow resin bead. [0021]The polystyrene beads which are not the hollow whose mean particle diarneter is 0.2–1.0 mm for comparison by [after addition] making it add and distribute so that it may become 5 – 20 volume % comparatively (namely, volume rate over an uncalcinated Plastic solid), Four kinds of ceramic stock slurry (ceramic stock slurry of a comparative example) (sample numbers 5–8) as shown in Table 1 were prepared.

[0022] And after adding a proper quantity of hardening agents for thermoset epoxy resin which are gelling agents to each ceramic stock slurry of the sample numbers 1–8 and mixing to it, By slushing each ceramic stock slurry into a 50mmx50mmx20mm mold, and heating at 90 ** for 1 hour, thermoset epoxy resin was stiffened and the Plastic solid of predetermined form was acquired.

[0023]And it heat-treats by a temperature profile as shows <u>drawing 1</u> this Plastic solid (that is, while holding by 200 ** of intermediate temperatures for 1 hour). After holding with the maximum temperature of 400 ** for 1 hour and disassembling and removing thermoset epoxy resin and a hollow resin bead (degreasing), performed this calcination by the temperature profile (it holds with the maximum temperature of 1600 ** for 2 hours) as shows <u>drawing 2</u>, ceramics were made to sinter, and porosity ceramics (porous sintered body) were obtained. The temperature profile who did not perform degreasing and this calcination independently but made degreasing and this calcination one is also able to calcinate. The characteristic of the porosity ceramics manufactured by the above-mentioned method is combined with Table 1, and is shown.

[0024]Bead particle diameter was as small as 0.2 mm, as shown in Table 1, when it saw about the sample numbers 5-8 using the resin beads which are not hollow which are comparative examples, only when bead additions were 10 volume % and few sample numbers 5, good porosity ceramics were obtained, but. Like the sample numbers 6-8, when the particle diameter of resin beads was set to 0.4-1.0 mm, a crack (sample numbers 6 and 7) and generating to break (sample number 8) were accepted irrespective of some of additions.

[0025]On the other hand, in the case of the sample numbers 1–4 using the hollow resin bead concerning the embodiment of this invention, as shown in Table 1, Also when changing the particle diameter of a hollow resin bead with 0.4 mm and 1.0 mm and changing the addition in the range of 5 – 70 volume %, in the total range, a crack, a crack, a chip, etc. did not occur in a ceramic sintered body, and the good porosity ceramics of quality were obtained. [0026]Although the above-mentioned embodiment explained the case where polystyrene was

[0026]Although the above-mentioned embodiment explained the case where polystyrene was used, as a component of a hollow resin bead, it is not restricted to this and the component of a hollow resin bead can use various materials, such as polyethylene, polymethylmethacrylate, and VCM/PVC.

[0027]Although the above-mentioned embodiment explained the case where thermoset epoxy resin was used as a gelling agent, It is not restricted to this and the gelling agent can use various

materials, such as polyvinyl alcohol, phenol system resin, urea system resin, melamine system resin, epoxy system resin, and urethane system resin.

[0028]In other points, it is not further limited to the above-mentioned embodiment, and this invention can add various application and modification within the limits of the summary of invention.

[0029]

[Effect of the Invention] As mentioned above, the manufacturing method of the porosity ceramics of this invention (Claim 1), The ceramic stock slurry which made the gelling agent and the slurry containing the end of ceramic powder distribute a hollow resin bead, Since it calcinates, a hollow resin bead is disassembled and removed and he is trying to form a stoma in the inside of a ceramic sintered body after fabricating by stiffening a gelling agent, Compared with the conventional method using the resin beads which are not hollow, the rate of resin over the quantity (porosity) of a stoma can be made small, and generating of cracked gas and combustion gas can be controlled. Therefore, the porosity ceramics which have desired porosity can be manufactured efficiently, preventing generating of the crack by generating of the cracked gas of resin and combustion gas by adjusting the addition rate of a hollow resin bead.

[0030]When it adds at a rate which becomes 2 - 70 volume % of the Plastic solid whose hollow resin bead is not calcinated, it becomes possible to cover the ranges with main porosity required of the usual porosity ceramics, and it becomes possible to manufacture certainly the porosity ceramics which have the desired characteristic.

[0031]The porosity ceramics which have the pore diameter and porosity which are required of the usual porosity ceramics can be manufactured efficiently, without generating a crack, a chip, etc., when that whose mean particle diameter is 0.1 mm - 10 mm is used as a hollow resin bead. [0032]As a hollow resin bead, when [of the volume of the centrum to the volume of a hollow resin bead] the thing of 50 - 99 volume % is used comparatively (centrum volume rate), the porosity obtained is received, It becomes possible to control efficiently the cracked gas of resin, and the yield of combustion gas, and this invention can be effected more.

[Translation done.]

* NOTICES *

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.**** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

DESCRIPTION OF DRAWINGS

[Brief Description of the Drawings]

[Drawing 1]It is a figure showing the temperature profile of the degreasing process of a Plastic solid of the manufacturing method of the porosity ceramics concerning one embodiment of this invention.

[Drawing 2]It is a figure showing the temperature profile of this baking process of the Plastic solid after degreasing of the manufacturing method of the porosity ceramics concerning one embodiment of this invention.

[Translation done.]

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平11-21182

(43)公開日 平成11年(1999)1月26日

| (51) Int.Cl. ⁶ C 0 4 B | | 識別記号 | F I C 0 4 B 3 | 8/ng | (| 7. | | | |
|--------------------------------------|--------------|----------------|---------------------------|------|----------|------|-------------|-----|----|
| C 4 D 30/00 | | | C 0 4 B 36/00 | | J C; | | | | |
| | 38/00 | 3 0 4 | 3 | 8/00 | 3041 | E: | | | |
| 38/08 | | | 38/08 | | D | | | | |
| | | | 審查請求 | 未請求 | 請求項の数4 | FD | 全 | 4 J | €) |
| (21)出願番+ | 寻 | 特顧平9-195005 | 195005 (71) 出顧人 000006231 | | | | | | |
| | | | 株式会社村田製作所 | | | | | | |
| (22)出顧日 平) | | 平成9年(1997)7月3日 | 京都府長岡京市天神二丁目26番10号 | | | | | | |
| | | | (72)発明者 | | | | | | |
| | | | | | 長岡京市天神二丁 | 目26≹ | 幹10号 | 株. | 式 |
| | | | | | 田製作所内 | | | | |
| | | | (72)発明者 | 大塚 | 大輔 | | | | |
| | | | | | 長岡京市天神二丁 | 目26和 | \$10号 | 株 | 式 |
| | | | | | 田製作所内 | | | | |
| | | | (74)代理人 | 弁理士 | 西澤 均 | | | | |
| | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | |

(54) 【発明の名称】 多孔質セラミックの製造方法

(57)【要約】

【課題】 所望の気孔率を有する多孔質セラミック成形体を繰り返して製造することが可能で、しかも、分解ガスや燃焼ガス発生を抑制して、成形体にクラックや割れなどが発生することを防止することが可能な多孔質セラミック成形体の製造方法を提供する。

【解決手段】 ゲル化剤とセラミック粉末を含有するスラリーに中空樹脂ビーズを所定の割合で添加して分散させたセラミック原料スラリーを、ゲル化剤を硬化させることにより所定の形状に成形した後、熱処理して中空樹脂ビーズを分解、除去し、成形体の内部に気孔を形成する。

【特許請求の範囲】

【請求項1】ゲル化剤とセラミック粉末を含有するスラ リーに中空樹脂ビーズを所定の割合で添加して分散させ たセラミック原料スラリーを、ゲル化剤を硬化させるこ とにより所定の形状に成形した後、熱処理して中空樹脂 ビーズを分解、除去し、セラミック焼結体の内部に気孔 を形成することを特徴とする多孔質セラミックの製造方 法。

1

【請求項2】前記中空樹脂ビーズを、成形体の2~70 体積%となるような割合で添加することを特徴とする請 10 求項1記載の多孔質セラミックの製造方法。

【請求項3】平均粒径が0.1mm~10mmの中空樹脂ビ ーズを用いることを特徴とする請求項1又は2記載の多 孔質セラミックの製造方法。

【請求項4】前記中空樹脂ビーズとして、中空樹脂ビー ズの体積に対する中空部の体積の割合(中空部体積率) が50~99体積%のものを用いることを特徴とする請 求項1,2又は3記載の多孔質セラミックの製造方法。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、セラミックの製造 方法に関し、詳しくは、多孔質セラミックの製造方法に 関する。

[0002]

【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】例え ば、セラミックコンデンサやセラミックフィルタを構成 するセラミックとして、種々の特性を実現するために気 孔(空孔)率を高めた多孔質セラミックが用いられる場 合がある。

【0003】ところで、このような多孔質セラミックを 製造する方法としては、従来より、

- ●セラミック粉末とゲル化剤を含むスラリーに気泡を含 有させた状態で成形、焼成することにより多孔質セラミ ックを得る方法、
- ②セラミック粉末とゲル化剤を含むスラリーに樹脂ビー ズを分散させ、成形後に熱処理することにより樹脂ビー ズを分解、除去し、内部に気孔(空孔)を形成して多孔 質セラミックを得る方法、
- **③**セラミック粉末とゲル化剤を含むスラリーにおがくず や木片を添加し、成形後に熱処理することによりおがく ずや木片を分解、除去し、内部に気孔(空孔)を形成し て多孔質セラミックを得る方法

などの種々の方法が提案、実施されている。

【0004】しかし、上記②の方法では、気泡径や気泡 量を制御することが困難で、繰り返して同じ気孔率を有 する多孔質セラミックを製造することができないという 問題点がある。

【0005】また、上記**②**及び**③**の方法では、成形体を 焼成する際に、樹脂ビーズ、おがくず、木片などを分

や分解ガスが燃焼して発生する燃焼ガスの量が多く、場 合によっては焼結体に割れが発生するという問題点があ る。

【0006】本発明は、上記問題点を解決するものであ り、所望の気孔率を有する多孔質セラミックを繰り返し て製造することが可能で、しかも、分解ガスや燃焼ガス の発生を抑制して、焼結体にクラックや割れなどが発生 することを防止することが可能な多孔質セラミックの製 造方法を提供することを目的とする。

[0007]

【課題を解決するための手段】上記目的を達成するため に、本発明(請求項1)の多孔質セラミックの製造方法 は、ゲル化剤とセラミック粉末を含有するスラリーに中 空樹脂ビーズを所定の割合で添加して分散させたセラミ ック原料スラリーを、ゲル化剤を硬化させることにより 所定の形状に成形した後、熱処理して中空樹脂ビーズを 分解、除去し、セラミック焼結体の内部に気孔を形成す ることを特徴としている。

【0008】ゲル化剤とセラミック粉末を含有するスラ 20 リーに中空樹脂ビーズを分散させたセラミック原料スラ リーを、ゲル化剤を硬化させることにより成形した後、 焼成して中空樹脂ビーズを分解、除去し、セラミック焼 結体の内部に気孔を形成することにより、中空でない樹 脂ビーズを用いる従来の方法に比べて、焼結体中の気孔 の量(気孔率)に対する樹脂の割合を小さくして、分解 ガス及び燃焼ガスの発生を抑制することができる。した がって、中空樹脂ビーズの添加割合を調節することによ り、樹脂の分解ガスや燃焼ガスの発生による割れの発生 を防止しつつ、所望の気孔率を有する多孔質セラミック を効率よく製造することが可能になる。

【0009】なお、本発明は、炭化ケイ素、ムライト、 アルミナなどの種々のセラミック材料を用いたセラミッ クを製造する場合に適用することが可能であり、セラミ ック材料の種類に特別の制約はない。なお、本発明にお いては、中空樹脂ビーズを構成する樹脂材料として、ポ リスチレン、ポリエチレン、ポリメチルメタクリレー ト、塩化ビニルなど種々の樹脂材料を用いることが可能 である。また、本発明においては、ゲル化剤として、エ ポキシ樹脂、ポリビニルアルコール、フェノール系樹 脂、尿素系樹脂、メラミン系樹脂、ニポキシ系樹脂、ウ レタン系樹脂などの種々の材料を用いることが可能であ る。

【0010】また、本発明(請求項2)の多孔質セラミ ックの製造方法は、前記中空樹脂ビーズを、成形体の2 ~70体積%となるような割合で添加することを特徴と している。

【0011】中空樹脂ビーズを、焼成前の成形体の2~ 70体積%となるような割合で添加した場合、通常の多 **孔質セラミックに要求される気孔率の主要な範囲をカバ** 解、除去するのに時間がかかるばかりでなく、分解ガス 50 一することが可能になり、所望の特性を有する多孔質セ

3

ラミックを確実に製造することが可能になる。なお、中空樹脂ビーズの添加割合が成形体の体積の2体積%を下回ると十分な気孔を有する多孔質セラミックが得られなくなり、また、70体積%を上回ると多孔質セラミック成形体自身の強度が低下して、焼成工程で割れが発生するため好ましくない。

【0012】また、本発明(請求項3)の多孔質セラミックの製造方法は、平均粒径が0.1mm~10mmの中空樹脂ビーズを用いることを特徴としている。

【0013】中空樹脂ビーズとして、平均粒径が0.1mm~10mmのものを用いた場合、クラックや欠けなどを発生することなく、通常の多孔質セラミックに要求される気孔径及び気孔率を有する多孔質セラミックを効率よく製造することができるようになる。

【0014】また、本発明(請求項4)の多孔質セラミックの製造方法は、前記中空樹脂ビーズとして、中空樹脂ビーズの体積に対する中空部の体積の割合(中空部体積率)が50~99体積%のものを用いることを特徴としている。

【0015】中空樹脂ビーズとして、中空樹脂ビーズの 20 体積に対する中空部の体積の割合(中空部体積率)が5*

* 0~99体積%のものを用いることにより、得られる気 孔率に対して、樹脂の分解ガス及び燃焼ガスの発生量を 効率よく制御することが可能になり、本発明をより実効 あらしめることができる。

[0016]

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施の形態を示して、その特徴とするところをさらに詳しく説明する。

【0017】易焼結アルミナ100重量部に対して、水30重量部、熱硬化性エポキシ樹脂(ゲル化剤)10重 10量部、及び適用の分散剤を加え、ボールミルで混合、分散させてスラリーを得た。

【0018】それから、このスラリーに、平均粒径が0.4~1.0mmの中空のポリスチレンビーズ(中空樹脂ビーズ)を、表1に示すように、添加後の割合(すなわち、未焼成の成形体に対する体積率)が $5\sim70$ 体積%となるように添加して分散させることにより、表1に示すような4種類のセラミック原料スラリー(本発明の実施形態にかかるセラミック原料スラリー)(試料番号 $1\sim4$)を得た。

[0019]

【表1】

| 試料番号 | 1 | 2 | 3 | 4 | *5 | *6 | *7 | *8 |
|----------------|---------|------|------|------------|------|------------|------------|------|
| 樹脂ビーズの種類 | 中空樹脂ビーズ | | | 中空でない樹脂ピーズ | | | | |
| 樹脂ビーズの粒径 (mm) | 0. 4 | 1. 0 | 1. 0 | 1. 0 | 0. 2 | 0. 4 | 1. 0 | 1. 0 |
| 樹脂ビーズの添加量(体積%) | 20 | 5 | 20 | 70 | 10 | 20 | 5 | 20 |
| 焼結体の品質 | 良好 | 良好 | 良好 | 良好 | 良好 | クラック 発生 | クラック 発生 | 割れ発生 |
| 焼結体の気孔率 (%) | 29 | 9 | 29 | 58 | 16 | 29 | 9 | 29 |

試料番号に*印を付したものは比較例である。

【0020】なお、この実施形態では、中空樹脂ビーズとして、中空樹脂ビーズの体積に対する中空部の体積の割合(中空部体積率)が50~99体積%のものを用いた。

【0021】また、比較のため、平均粒径が0.2~1.0mmの中空でないポリスチレンビーズを、添加後の割合(すなわち、未焼成の成形体に対する体積率)が5~20体積%となるように添加して分散させることにより、表1に示すような4種類のセラミック原料スラリー(比較例のセラミック原料スラリー)(試料番号5~8)を調製した。

【0022】それから、試料番号1~8の各セラミック原料スラリーに、ゲル化剤である熱硬化性エポキシ樹脂用の硬化剤を適量添加して混合した後、各セラミック原料スラリーを50mm×50mm×20mmの型に流し込み、

90℃で1時間加熱することにより、熱硬化性エポキシ 樹脂を硬化させて所定の形状の成形体を得た。

【0023】そして、この成形体を図1に示すような温度プロファイルで熱処理して(すなわち、中間温度200℃で1時間保持するとともに、最高温度400℃で1時間保持して)、熱硬化性エポキシ樹脂及び中空樹脂ビーズを分解、除去(脱脂)した後、図2に示すような温度プロファイル(最高温度1600℃で2時間保持)で本焼成を行い、セラミックを焼結させて多孔質セラミック(多孔質焼結体)を得た。なお、脱脂と本焼成とを別々に行うのではなく、脱脂と本焼成を一体とした温度プロファイルでも焼成することが可能である。上記の方法により製造した多孔質セラミックの特性を表1に併せて示す。

) 【0024】表1に示すように、比較例である、中空で

ない樹脂ビーズを用いた試料番号5~8 についてみると、ビーズ粒径が0.2 mmと小さく、ビーズ添加量が10体積%と少ない試料番号5の場合のみ、良好な多孔質セラミックが得られたが、試料番号6~8のように、樹脂ビーズの粒径が0.4~1.0 mmになると、添加量の多少にかかわらず、クラック(試料番号6.7)や割れ

【0025】これに対して、本発明の実施形態にかかる中空樹脂ビーズを用いた試料番号1~4の場合、表1に示すように、中空樹脂ビーズの粒径を0.4m及び1.0mと変化させ、その添加量を5~70体積%の範囲で変化させた場合にも、全範囲において、セラミック焼結体にクラック、割れ、欠けなどが発生することはなく、品質の良好な多孔質セラミックが得られた。

(試料番号8)の発生が認められた。

【0026】なお、上記実施形態では、中空樹脂ビーズの構成材料として、ポリスチレンを用いた場合について説明したが、中空樹脂ビーズの構成材料はこれに限られるものではなく、ポリエチレン、ポリメチルメタクリレート、塩化ビニルなどの種々の材料を用いることが可能である。

【0027】また、上記実施形態では、ゲル化剤として 熱硬化性エポキシ樹脂を用いた場合について説明した が、ゲル化剤はこれに限られるものではなく、ポリビニ ルアルコール、フェノール系樹脂、尿素系樹脂、メラミ ン系樹脂、エポキシ系樹脂、ウレタン系樹脂などの種々 の材料を用いることが可能である。

【0028】本発明は、さらにその他の点においても上 記実施形態に限定されるものではなく、発明の要旨の範 囲内において種々の応用、変形を加えることが可能であ る。

[0029]

【発明の効果】上述のように、本発明(請求項1)の多 孔質セラミックの製造方法は、ゲル化剤とセラミック粉 末を含有するスラリーに中空樹脂ビーズを分散させたセ*

* ラミック原料スラリーを、ゲル化剤を硬化させることにより成形した後、焼成して中空樹脂ビーズを分解、除去し、セラミック焼結体の内部に気孔を形成するようにしているので、中空でない樹脂ビーズを用いる従来の方法に比べて、気孔の量(気孔率)に対する樹脂の割合を小さくして、分解ガス及び燃焼ガスの発生を抑制することができる。したがって、中空樹脂ビーズの添加割合を調節することにより、樹脂の分解ガスや燃焼ガスの発生による割れの発生を防止しつつ、所望の気孔率を有する多10 孔質セラミックを効率よく製造することができる。

6

【0030】また、中空樹脂ビーズを、未焼成の成形体の2~70体積%となるような割合で添加した場合、通常の多孔質セラミックに要求される気孔率の主要な範囲をカバーすることが可能になり、所望の特性を有する多孔質セラミックを確実に製造することが可能になる。

【0031】また、中空樹脂ビーズとして、平均粒径が 0.1m~10mmのものを用いた場合、クラックや欠け などを発生することなく、通常の多孔質セラミックに要 求される気孔径及び気孔率を有する多孔質セラミックを 20 効率よく製造することができるようになる。

【0032】また、中空樹脂ビーズとして、中空樹脂ビーズの体積に対する中空部の体積の割合(中空部体積率)が50~99体積%のものを用いた場合、得られる気孔率に対して、樹脂の分解ガス及び燃焼ガスの発生量を効率よく制御することが可能になり、本発明をより実効あらしめることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の一実施形態にかかる多孔質セラミックの製造方法の、成形体の脱脂工程の温度プロファイルを30 示す図である。

【図2】本発明の一実施形態にかかる多孔質セラミックの製造方法の、脱脂後の成形体の本焼成工程の温度プロファイルを示す図である。



